

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-326901

(43)Date of publication of application : 16.11.1992

(51)Int.Cl.

B01D 5/00
B01D 53/34

(21)Application number : 03-122493

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 24.04.1991

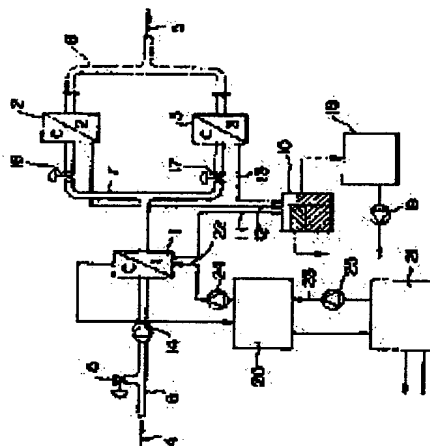
(72)Inventor : YOKOTA HISAAKI
USUI KOKI
YOSHIGUCHI OSAMU
TAKAHARA HIROYUKI
HASEGAWA AKIRA
IWAMOTO HIROYUKI

(54) SOLVENT RECOVERY APPARATUS

(57)Abstract:

PURPOSE: To recover a solvent without using an adsorbing material based on a novel theory due to the condensation and freezing of the solvent and to also recover a solvent with a high b.p. in high recovery.

CONSTITUTION: First and second coolers 2, 3 are parallelly arranged to the post stage of a first cooler 1 and, at first, solvent-containing gas is cooled by the first cooler 1 and a part thereof is liquefied to be collected in a separator 10. The residual solvent-containing gas is introduced into the second cooler 2 and the solvent in the gas is condensed along with moisture to be frozen. By this method, clean gas 5 is obtained. In the third cooler 3, the solvent and moisture frozen in the previous process are thawed to be collected in the separator 10 as a liquid. The solvent and moisture are separated by this separator 10. For example, a liquid cooling medium of -35°C and a gaseous cooling medium of relatively high temp. (20°C) are alternately passed through the coolers 2, 3 and the coolers 2, 3 repeat the condensation of the solvent-containing gas and the thawing of the frozen matter.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-326901

(43) 公開日 平成4年(1992)11月16日

(51) Int. Cl.⁵

B 0 1 D 5/00
53/34

識別記号

庁内整理番号

E 9153-4D
1 1 7 F 6953-4D

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平3-122493

(22) 出願日 平成3年(1991)4月24日

(71) 出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72) 発明者 横田 久昭

神奈川県茅ヶ崎市浜竹3丁目5-21

(72) 発明者 白井 光基

神奈川県茅ヶ崎市萩園3184-9

(72) 発明者 吉口 理

神奈川県鎌倉市手広731-1

(72) 発明者 高原 宏之

神奈川県鎌倉市手広731-1

(74) 代理人 弁理士 藤巻 正憲

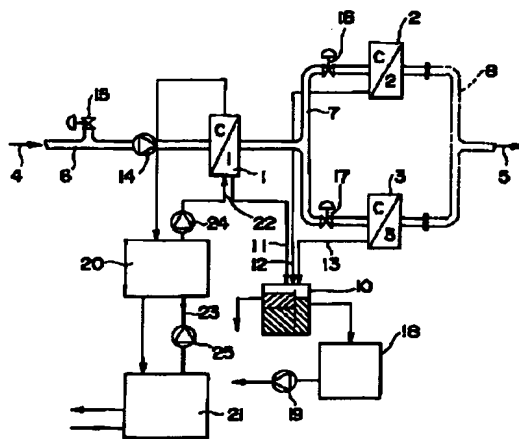
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 溶剤回収装置

(57) 【要約】

【目的】 溶剤の凝縮凍結という新規の原理に基づき、吸着材を使用することなく、溶剤を回収することができ、沸点が高い溶剤も高回収率で回収する。

【構成】 第1の冷却器1の後段に第1及び第2の冷却器2、3を並列に備えており、溶剤含有ガスは先ず第1の冷却器1にて冷却され、その一部が液化して分離器10に集められる。残部の溶剤含有ガスは一方の第2の冷却器2に導入され、ガス中の溶剤は水分と共に凝縮して凍結する。これにより、清浄なガス5が得られる。他方の第3の冷却器3においては、前工程で凍結した溶剤及び水分が解凍され、液体として分離器10に集められる。この分離器10にて溶剤は水分と分離される。冷却器2、3には、例えば-35℃の液体冷媒と、比較的高温(20℃)のガス状冷媒とが交互に通流して、冷却器2、3は溶剤含有ガスの凝縮と凍結物の解凍とを繰り返す。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 外系から導入された溶剤含有ガスを冷却して含有溶剤の一部を凝縮し液体として回収する前段凝縮手段と、0℃以下の温度に冷却して含有溶剤を凍結又は液化する複数の冷却器を備えた後段凝縮手段と、前記前段凝縮手段から排出されたガス及び前記冷却器内の凝結物を解凍する解凍ガスを選択的に且つ交互に前記後段凝縮手段の冷却器に導入するガス導入手段と、前記前段及び後段凝縮手段から排出された液体から溶剤と水とを分離して前記溶剤を回収する液分離手段とを有することを特徴とする溶剤回収装置。

【請求項2】 前記後段冷却手段の冷却器の冷媒入口に設けられ液体冷媒を前記冷却器内に噴射して蒸発させその蒸発熱により前記冷却器の内部を冷却する自動膨張弁と、前記後段冷却手段の冷却器の冷媒出口側にそのホットガス出口が連結された冷凍機と、前記冷却器の冷媒出口と前記冷凍機との間に設けられた蒸発圧力調整弁と、前記冷却器の冷媒入口側と凝縮器との間に設けられた凝縮圧力調整弁と、前記冷却器に対する前記冷媒の通流と前記ホットガスの通流とを交互に切り替える弁手段と、を有することを特徴とする請求項1に記載の溶剤回収装置。

【請求項3】 前記冷凍機の出口と前記凝縮器の出口との間には、定常冷却運転時に使用するバイパス弁と、冷却工程と解凍工程の並行運転中に使用される差圧調整弁とが設けられていることを特徴とする請求項2に記載の溶剤回収装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はフルオロカーボン等の溶剤をガス中から回収する溶剤回収装置に関し、特に、高沸点の溶剤を含有するガスからこの高沸点溶剤を回収するのに好適な溶剤回収装置に関する。

【0002】

【従来の技術】 半導体製造設備等から排出されるフロン等の有機溶剤を含有する空気は、従来、蒸気再生式溶剤回収装置又はドライ再生式回収装置により、その含有溶剤を分離除去して清浄化することができる。

【0003】 これらの溶剤回収装置においては、活性炭等の溶剤吸着材を収納した複数の、例えば1対の吸着塔を設け、溶剤含有空気を一方の吸着塔に導入して含有溶剤を吸着材に吸着除去させる。そして、他方の吸着塔からは、従前の吸着工程で既に吸着している冷媒を脱着させる。即ち、蒸気再生式の溶剤回収装置の場合には、前記他方の吸着塔に蒸気を導入して吸着材を加熱し、溶剤を脱着させる。これにより、吸着材を再生する。一方、ドライ再生式回収装置の場合には、吸着材にシートヒータを接触させて配置し、このシートヒータを通电により抵抗発熱させて吸着材を加熱し、これにより溶剤を脱着させる。

【0004】 そして、いずれの場合も、複数の吸着塔で、溶剤の吸着工程と、脱着（再生）工程とを選択的に且つ交互に繰り返すことにより、ガス中から溶剤を連続的に除去して回収する。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、半導体設備等において使用される溶剤には、フルオロカーボン（以下、FCと略す）のように、蒸気圧が低く、沸点が高い種類のものがある。このFCは沸点が例えば215℃と高く、且つ熱による影響を受けて重合しやすく、吸着材として活性炭を使用すると、その再生時のエネルギーにより重合反応が生じやすいという欠点がある。また、FCは沸点が高いので、器物に濡れ易いという性質がある。このため、吸着塔及び配管等の内壁にFCが付着し、熱風又は真空等の手段によりこの付着FCを回収する必要が生じる。そうすると、このFCを回収することができたととしても濃度が薄くなり、回収効率が低いという欠点がある。

【0006】 本発明はかかる問題点に鑑みてなされたものであって、従来のように吸着材を使用することなく、即ち、吸着材による吸着及び再生という工程を有することなく、溶剤の凝縮又は凍結という新規の原理に基づいて溶剤を回収することができ、沸点が高い溶剤も高回収率で回収することができる溶剤回収装置を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明に係る溶剤回収装置は、外系から導入された溶剤含有ガスを冷却して含有溶剤の一部を凝縮し液体として回収する前段凝縮手段と、0℃以下の温度に冷却して含有溶剤を凍結又は液化する複数の冷却器を備えた後段凝縮手段と、前記前段凝縮手段から排出されたガス及び前記冷却器内の凝結物を解凍する解凍ガスを選択的に且つ交互に前記後段凝縮手段の冷却器に導入するガス導入手段と、前記前段及び後段凝縮手段から排出された液体から溶剤と水とを分離して前記溶剤を回収する液分離手段とを有することを特徴とする。

【0008】

【作用】 溶剤の沸点が高い場合には、冷却することにより、液体又は凝結物になりやすいため、沸点が高い溶剤は液体として回収することが容易である。そこで、本発明においては、先ず、外系から導入された溶剤含有ガスを前段凝縮手段により、例えば、5℃に冷却する。そうすると、この溶剤含有ガス中の水分及び溶剤の一部が冷却されて凝縮し、液体として回収される。

【0009】 次に、前段凝縮手段から排出されたガスは、ガス導入手段により、後段凝縮手段の複数の冷却器に選択的に導入される。この冷却器により、ガス中の溶剤は、例えば、-30℃等の溶剤の凝固温度以下の温度に冷却される。これにより、ガス中の溶剤は水分と共に

凍結して回収される。

【0010】一方、従前の工程で既に溶剤及び水分が凍結している冷却器には、前記ガス導入手段によりこの凍結物を解凍することができる温度の解凍ガスが導入される。これにより、この冷却器内の凍結物は解凍されて溶剤及び水分が液体として回収される。また、この冷却器においては、凍結物が除去されるので、その冷却能が回復し、次順の冷却凍結工程に供することができるようになる。

【0011】後段凝縮手段においては、この冷却凍結工程と、解凍工程とが交互に繰り返される。また、複数個の冷却器の一部で冷却凍結工程を実施している場合には、他の冷却器にて解凍工程を実施する。このようにして、前段凝縮手段から排出されたガスは後段冷却手段により、連続的に液体として回収される。この液体は液分離手段により溶剤と水分とに分離される。

【0012】なお、後段凝縮手段の冷却器は溶剤の凝固温度以上の温度でガスを冷却するものであってもよい。この場合は、溶剤は凍結することなく、液体として回収される。しかし、ガス中の水分は凍結して冷却器の冷却能が低下するため、解凍工程によりこの凝結物を除去する。

【0013】

【実施例】以下、本発明の実施例について添付の図面を参照して具体的に説明する。

【0014】第1図は本発明をフルオロカーボンの回収に適用した実施例に係る溶剤回収装置を示すブロック図、第2図はその冷媒配管を示すブロック図である。

【0015】第1の冷却器1には、配管6を介して外系から溶剤を含有する処理ガス4が供給される。このガス排出口は、分岐配管7を介して第2及び第3の冷却器2、3のガス導入口に連結されている。また、第2及び第3の冷却器2、3のガス排出口には合流配管8が連結されており、冷却器2、3により清浄化されたガス5はこの合流配管8を介して大気中に排出される。冷却器1乃至3においては、溶剤含有ガスと、冷媒とが供給され、溶剤含有ガスがこの冷媒により冷却される。

【0016】配管6には、プロア14が介装されていて、このプロア14により処理ガス4が第1の冷却器1に送給される。また、配管6には大気開放弁15も介装されている。更に、分岐配管7には、通流ガスの流路を切り替えるための開閉弁16、17が介装されていて、この開閉弁16、17の開閉により第2及び第3の冷却器2、3に対して選択的にガスを通流させるようになっている。

【0017】第1の冷却器1にて凝縮した液体は配管11を介して分離器10に供給される。また、第2及び第3の冷却器2、3にて凝縮した液体及びこの第2及び第3の冷却器2、3にて凍結した後、解凍された液体は、夫々配管12、13を介して同様に分離器10に集めら

れる。この分離器10において、水と溶剤とが比重分離され、水はドレンから排出されると共に、溶剤は溶剤蓄積タンク18内に回収される。タンク18内の溶剤液は溶剤回収用の送液ポンプ19により適宜の回収タンク（図示せず）に送給される。

【0018】第1の冷却器1には、不凍液槽20から不凍液が配管22を介して循環供給される。この配管22には不凍液送液用のポンプ24が介装されている。また、チラーユニット21からは、チラー水が配管23及びこの配管23に介装されたチラー水送液用のポンプ25により不凍液槽20に循環供給される。

【0019】第2図は第2及び第3の冷却器2、3に対する冷媒配管のフローを示す図である。この第2図は第2の冷却器2が冷却サイクルを実施し、第3の冷却器3が除霜サイクルを実施しているものとする。

【0020】冷却器2、3内に配置された冷媒通流管の一方の端部と、冷凍機30との間は、配管31a、31bと合流配管31とにより連結されている。配管31a、31bには蒸発ガス用電磁開閉弁32a、32bが介装されている。また、配管31には蒸発圧力調整弁33が介装されている。冷凍機30は導入されたガスを圧縮して高温のガスにする。この冷凍機30のガス出口と、冷却器2、3の前記一方の端部とは、配管34及び分岐配管34a、34bにより連結されている。また、配管34a、34bには、ホットガス切り替え電磁開閉弁35a、35bが介装されている。

【0021】また、冷凍機30の高温ガス出口に連結された配管34には、凝縮器31に連結された配管36が連結されており、冷凍機30から排出されたガスの一部が凝縮器31に供給されるようになっている。凝縮器31の内部には冷却水が供給されて通流するようになっており、凝縮器31に供給された高温のガスを高温の液体に凝縮する。凝縮器31にて液化された冷媒は、配管37及び分岐配管37a、37bを介して、夫々冷却器2、3内に配置された冷媒通流管の他方の端部に供給される。配管36には吐出ガスバイパス電磁開閉弁38が介装されている。また、配管37には、流量調整弁39及び冷媒乾燥器40が介装されており、配管37a、37bには、夫々冷却回路切替電磁開閉弁41a、41bと温度式自動膨張弁42a、42bが介装されている。この膨張弁42a、42bは液体の冷媒を冷却器2、3内に噴射して蒸発させ、その蒸発熱により冷却器2、3内部の溶剤含有ガスを冷却するようになっている。

【0022】更に、冷却器2、3の前記他方の端部は、配管43a、43b及び合流配管43を介して配管36に連結されており、冷却器2、3内の凝結物の解凍後のガスが、配管43a、43b、配管43及び配管36を介して凝縮器31に供給される。配管43a、43bには、夫々逆止弁44a、44bが介装されており、配管43には凝縮圧力調整弁45が介装されている。

【0023】配管34と配管43との間には、差圧調整弁46が配設されており、凝縮器31の冷却水の排水管には圧力式制水弁47が介装されており、この圧力式制水弁47は配管34内の圧力によりその開度が調整されるようになっている。

【0024】次に、上述のごとく構成された高沸点溶剤回収装置の動作について説明する。前段冷却手段の第1の冷却器1には、ポンプ24により不凍液槽20内の不凍液が循環供給されており、これにより前段冷却器1内を通過する溶剤含有ガスが不凍液によって冷却されるようになっている。この不凍液は冷媒として温度安定性が優れているものである。そして、不凍液槽20内に設置された温度検出器（図示せず）により不凍液の温度が検出されており、この検出温度に基づいて不凍液が一定の温度になるようにチラーユニット21により冷却されるようになっている。

【0025】一方、後段冷却手段の第2及び第3の冷却器2、3は第2図に示すようにして冷却されている。

【0026】まず、冷却器2、3が夫々冷却サイクル及び除霜（解凍）サイクルを実施している場合は、電磁開閉弁41a、32a、35b、44bが開、電磁開閉弁41b、32b、35a、44aが閉になっている。そして、凝縮器31から供給される比較的高温の液体冷媒は乾燥器40により乾燥された後、自動膨張弁42aから冷却器2内の冷却配管内に噴射される。この冷媒は冷却器2内にて膨張し、蒸発して冷却器2内の溶剤含有ガスを冷却する。この冷媒は、冷却器2から排出された後、蒸発圧力調整弁33を介して冷凍機30に返戻される。この蒸発圧力調整弁33は冷却器2、3内の冷媒の圧力を調整してその蒸発温度（例えば、 -45°C ）を設定するものであり、これにより冷却器2、3の負荷を一定に保持する。冷凍機30においては、ガス状の冷媒が圧縮され、この冷媒を比較的高温のガスにして凝縮器31に戻す。

【0027】一方、冷凍機30から排出される比較的高温の冷媒ガスは、冷却器3内にも供給される。そして、この冷媒ガスは冷却器3内の凝結物を解凍した後、凝縮圧力調整弁45を介して凝縮器31に返戻される。この凝縮圧力調整弁45は冷却器3内の圧力を、冷媒の凝縮温度が 20°C になるように調整する。

【0028】このようにして、冷却サイクルを実施している冷却器2には、凝縮器31にて凝縮された液体冷媒が供給され、常に一定の温度（ -45°C ）で蒸発することにより、冷却器2内の溶剤含有ガスを冷却する。一方、解凍サイクルを実施している冷却器3においては、冷凍機30からの比較的高温（ 20°C ）のガス状の冷媒が供給されて冷却器3内の凝結物が解凍される。そして、冷却サイクルと解凍サイクルとは、電磁開閉弁を切り替えることにより、所定の周期で切り替えられ、この冷却サイクルと解凍サイクルとが繰り返される。

【0029】工場等から排出される溶剤含有ガス（処理ガス4）は、ブロー14により冷却器1内に送り込まれる。溶剤含有ガスはこの冷却器1内で冷媒の不凍液により冷却される。これにより、含有溶剤の一部が液化し、この液体溶剤は分離器10に集められる。

【0030】次いで、残部の溶剤を含有するガスは、冷却器2に供給されて例えば -45°C に冷却される。これにより、ガス中の溶剤は水分と共に凝結し、冷却器2内で凍結する。このようにして、溶剤が凍結除去された清浄なガス5が得られる。一方、従前の工程で溶剤及び水分が凝結している冷却器3においては、比較的高温（ 20°C ）のガス状冷媒が通過しており、これによりこの凝結物は解凍されて液体として分離器10に集められる。冷却器1及び冷却器3から分離器10に集められた液体冷媒は、この分離器10にて比重分離され、水はドレン水として排出されると共に、冷媒はタンク18に集められた後、再使用に供される。

【0031】その後、所定時間経過後、冷却器2が解凍サイクル、冷却器3が冷却サイクルに移行し、冷却器2内の凝結物が解凍され、溶剤及び水が液体として分離器10に集められる。一方、溶剤含有ガスは冷却器3にてそのガス中の溶剤及び水分が凍結され、溶剤が除去された清浄なガス5が得られる。このようにして、冷却器2、3にて、冷却サイクルと、解凍サイクルとを交互に実施することにより、溶剤含有ガスはその含有溶剤が連続的に回収処理される。なお、本実施例方法を沸点が 215°C のフルオロカーボン溶剤の回収に適用した結果、排気空気中の溶剤濃度を1ppm以下に低減することができた。

【0032】このようにして、溶剤を凍結することにより、高沸点溶剤含有ガスを吸着材を使用することなく回収することができる。従って、従来の吸着材を使用して高沸点溶剤を回収する場合の種々の欠点を解消することができる。

【0033】なお、解凍サイクルから冷却サイクルに移行する際の直前に、それまで解凍サイクルを実施していた冷却器2又は3に、凝縮器31からの冷媒を供給してこの冷却器2、3を冷却するようにしてもよい。即ち、この冷却サイクルに切り替わる直前の短時間に、開閉弁41a、41bを同時に開にする。これにより、冷却サイクルに切り替わろうとする冷却器2、3内の温度を低下させることができ、冷却サイクルを高効率で実施することができる。

【0034】また、本発明においては、後段冷却手段において、溶剤は必ずしも凍結させる必要はない。水よりも沸点が高い溶剤の場合には、冷却により先ず水が凍結する。しかし、溶剤は凍結しなくても十分高効率で回収することができる。

【0035】更に、凝結物の解凍は、冷媒ガスによらず、ヒータにより加熱することによって行ってもよい。

【0036】

【発明の効果】本発明によれば、高沸点で吸着材等に濡れ易い溶剤を含有するガスを、冷却及び解凍のプロセスを交互に繰り返すことにより、吸着材を使用せずに連続的に高効率で回収することができる。従って、本発明は高沸点溶剤含有ガスの回収に極めて有益である。

【図面の簡単な説明】

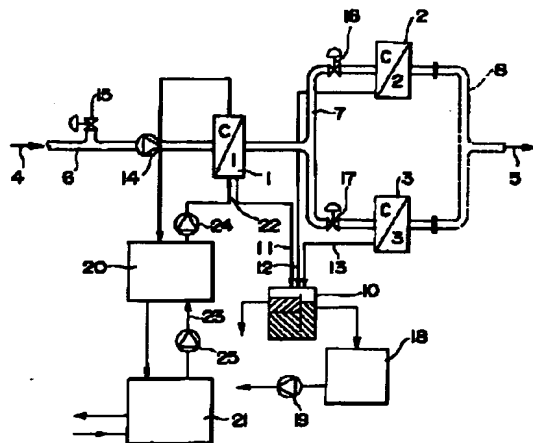
【図1】本発明の実施例に係る溶剤回収装置を示すブロック図である。

【図2】その冷却配管を示す模式図である。

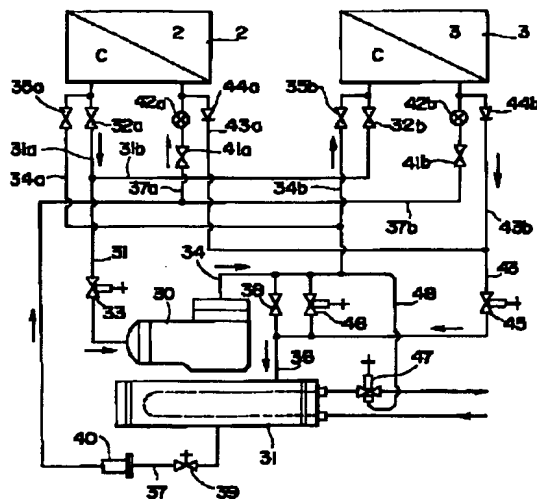
【符号の説明】

1, 2, 3 ; 冷却器、10 ; 分離器、20 ; 不凍液槽、30 ; 冷凍機、31 ; 凝縮器

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 長谷川 章
神奈川県鎌倉市手広731-1

(72)発明者 岩本 宏之
神奈川県鎌倉市手広731-1